

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-041877

(43)Date of publication of application : 16.02.2001

(51)Int.Cl.

G01N 21/01

G01J 3/02

G01N 21/35

(21)Application number : 11-214299

(71)Applicant : NIPPON SANSO CORP

(22)Date of filing : 28.07.1999

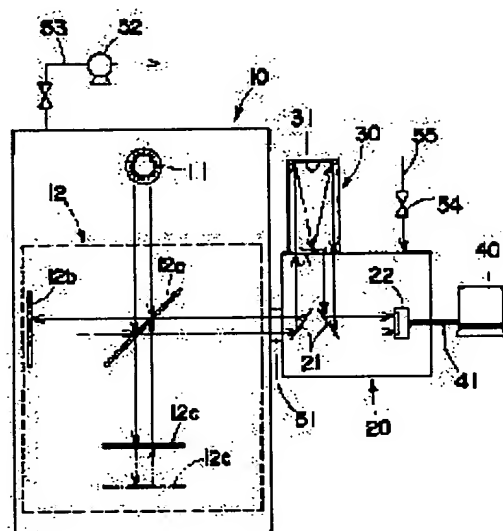
(72)Inventor : KASHIWAGI KAZUHIRO  
ISAKI RYUICHIRO

## (54) SPECTRAL ANALYZER AND METHOD FOR ANALYZING IMPURITY IN GAS

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To stably analyze impurities such as moisture which exists by a trace amount in a sample gas at high precision by housing devices such as a light source, cell, and detector in a sealed vessel while the sealed vessel is evacuated for introducing purge gas, to eliminate the effect of moisture, etc., present in an optical system.

**SOLUTION:** A main body part 10 is a sealed vessel in which an interferometer 12 is housed with a light source 11, a semi-transparent mirror 12a, a fixed mirror 12b, and a moving mirror 12c provided. A detecting part 20 is a sealed vessel housing a pair of mirrors 21 and a detector 22, and a cell part 30 is a sealed vessel whose interior acts as a cell 31. A calculation means 40 performs Fourier-transform of a measurement value from the detector 20 to calculate an impurity concentration. A vacuum pump 52 is operated to evacuate the main body part 10, detector 20, and cell part 30 while a purge gas such as nitrogen gas is introduced from a purge gas guiding pipe 55 for analyzation. For example, at analyzing a trace-amount moisture in a sample gas, the effect of water content contained in the atmosphere within each sealed vessel is reduced for effective measurement.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection]

BEST AVAILABLE COPY

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] Spectral-analysis equipment characterized by having the evacuation means which carries out evacuation of the inside of this well-closed container, and a purge gas installation means to introduce purge gas in a well-closed container while holding devices, such as the light source, a cel, and a detector, in a well-closed container.

[Claim 2] Said well-closed container is spectral-analysis equipment according to claim 1 characterized by carrying out division formation at the body section which held optical members, such as the light source and an interferometer, the detecting element which connected with this body section airtightly through the connection port, and held the mirror and the detector, and the cel section with which this detecting element was equipped airtightly.

[Claim 3] While preparing evacuation opening of said evacuation means in the part which said body section and detecting element connected airtightly the part which holds optical members, such as an interferometer, a detector, and a mirror, according to an individual, respectively, were formed, and held said interferometer Said body section, said connection port, spectral-analysis equipment according to claim 2 characterized by the thing of said detecting element for which the purge gas induction of said purge gas installation means was prepared in any one place at least.

[Claim 4] Analytical method of the impurity in the gas which is the approach of analyzing the impurity in gas using spectral-analysis equipment according to claim 1, 2, or 3, and is characterized by analyzing introducing purge gas while carrying out evacuation of the inside of said well-closed container.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the spectral-analysis equipment and analytical method for analyzing in detail impurities, such as minute amount moisture in high grade gas like the gas used for a semi-conductor manufacture process, about the analytical method of the impurity in spectral-analysis equipment and gas.

[0002]

[Description of the Prior Art] The gas used for a semi-conductor manufacture process will become the cause which causes the poor property of a device, if high grade gas with few impurities is called for, for example, impurities, such as moisture, exist in membrane formation material gas. Therefore, although the moisture in gas is managed or it is necessary to decrease, for that, it is necessary to analyze impurities, such as minute amount moisture in gas, to accuracy.

[0003] As a metering device of the minute amount moisture in such gas, Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) is known. After the infrared light by which this FT-IR was irradiated from the light source using the absorption band of the water molecule proper in an infrared field goes via optical members, such as an interferometer and a filter, it passes through the inside of the cel filled with sample gas, and detects existence of moisture by reaching the detector installed in the exterior of a cel. Therefore, analysis will be performed where the concentration of the moisture which exists in the ambient atmosphere besides a cel is also applied in addition to the moisture concentration which exists in the sample gas on a measurement principle and in a cel.

[0004] That is, although it is important in FT-IR to acquire only the information in the cel into which sample gas was introduced, since it needs to carry out optical interference by the time incidence of the infrared light irradiated from the light source is carried out into a cel, and it needs to adjust the flux of light, it will be influenced of the moisture and carbon dioxide which are contained in the environment of the optical system besides a gas cell.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] For this reason, he encloses dry air with the optical system besides a cel, or was trying to reduce the effect of moisture by always continuing passing desiccation nitrogen gas at conventional FT-IR. However, there was a problem that the airtightness of the case which the gas stagnation section existed in optical system mostly, and has contained optical system was bad, and tends to be influenced by external leak. On the other hand, by the method always purged with desiccation nitrogen, there is a problem of consuming the nitrogen of the large quantity of dozens of l. per minute, and the moisture in nitrogen also needed to be reduced to ultralow volume.

[0006] Furthermore, exhausting optical system to a vacuum is proposed, and the electrical part of a large quantity and the light source of high temperature also exist in optical system, and the moisture content emitted from these members also becomes a problem in analysis of ppb order. In the example which actually measured optical system where evacuation is carried out to 10-5torr, moisture concentration turns into minus 10ppb extent, and dependability is missing.

[0007] Then, this invention loses the effect of impurities, such as moisture which exists in optical system, and aims at offering the analytical method of the impurity in the spectral-analysis equipment which can stabilize for them and analyze impurities, such as moisture which exists in ultralow volume in sample gas, to high degree of accuracy, and gas.

[0008]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned object, the spectral-analysis equipment of this invention is characterized by having the evacuation means which carries out evacuation of the inside of this well-closed container, and a purge gas installation means to introduce purge gas in a well-closed container while holding devices,

such as the light source, a cel, and a detector, in a well-closed container.

[0009] Furthermore, said well-closed container is characterized by carrying out division formation at the body section which held optical members, such as the light source and an interferometer, the detecting element which connected with this body section airtightly through the connection port, and held the mirror and the detector, and the cel section with which this detecting element was equipped airtightly. moreover, said body section and detecting element connect airtightly the part which hold optical members, such as an interferometer, a detector, and a mirror, according to an individual, respectively, and be form, and while prepare evacuation opening of said evacuation means in the part which held said interferometer, it be characterize by the thing of said body section, said connection port, and said detecting element for which the purge gas induction of said purge gas installation means be prepared in any one place at least.

[0010] Moreover, the analytical method of the impurity in the gas of this invention is an approach of analyzing the impurity in gas using said spectral-analysis equipment, and is characterized by analyzing introducing purge gas, while carrying out evacuation of the inside of said well-closed container.

[0011]

[Embodiment of the Invention] Drawing 1 is the schematic diagram showing the example of 1 gestalt which applied this invention to infrared-spectroscopic-analysis equipment (FT-IR). The body section 10 which is the well-closed container which held the interferometer 12 with which this infrared-spectroscopic-analysis equipment was equipped with the light source 11 and half mirror 12a, fixed mirror 12b, and migration mirror 12c, It is formed by the detecting element 20 which is the well-closed container which held the mirror 21 and detector 22 of a couple, the cel section 30 which is the well-closed container which used the interior as the cel 31, and operation means (computer) 40 to compute high impurity concentration by carrying out fourier transform processing of the measured value from a detector 22.

[0012] By said cel section's 30 equipping with a sealant (O ring) 32, as shown in drawing 2, and joining together with a bolt 33, it connects airtightly to the opening 23 prepared in the detecting element 20, and said body section 10 and detecting element 20 are airtightly connected with the same means through the connection port 51. In addition, wiring of each part including the wiring 41 for the operation means 40 is also pulled out airtightly. Moreover, the body section 10 and a detecting element 20 can also be formed in one.

[0013] And the exhaust pipe 53 linked to the vacuum pump 52 as an evacuation means is formed in said body section 10, and the purge gas installation tubing 55 which equipped the detecting element 20 with the flow control valve 54 as a purge gas installation means is formed in it. In addition, members, such as each well-closed container, can be formed with metallic materials, such as iron, and aluminum, stainless steel, prepare the suitable sealant for the bond part of plates, and he is trying to acquire airtightness.

[0014] thus, in the formed infrared-spectroscopic-analysis equipment, in case sample gas is analyzed By operating a vacuum pump 52, carrying out evacuation of the interior of the body section 10, a detecting element 20, and the cel section 30, and carrying out, introducing a suitable quantity of purge gas, for example, nitrogen gas, from the purge gas installation tubing 55 simultaneously For example, when analyzing the minute amount moisture in sample gas, only the moisture in the sample gas which reduces substantially the effect of the moisture in the ambient atmosphere in each well-closed container, and is introduced in a cel 31 can be measured effectively.

[0015] Thus, while being able to make small substantially abundance of an existing [ in the ambient atmosphere of optical system ]-by performing measurement of minute impurities, carrying out evacuation impurity molecule, by carrying out introducing purge gas, the moisture generated from the light source etc. can also be exhausted efficiently, and the ambient atmosphere in a system can be held on certain conditions. The moisture from the light source etc. can be more effectively discharged by preparing evacuation opening especially connected to an exhaust pipe 53 near the light source 11 of the body section 10.

[0016] Furthermore, since purge gas is introduced in the well-closed container with which evacuation was carried out and the pressure became low and he is trying to maintain at a constant pressure While being able to reduce the consumption of purge gas substantially compared with what circulates purge gas in the state of ordinary pressure Since effect of the impurity generated inside compared with the case where it maintains at a high vacuum condition, or external leak can be lessened, stabilization and dependability of measured value improve and simplification of equipment and a facility can also be attained further. Moreover, since the time amount which the attainment to the inert gas replacement and the predetermined pressure in a well-closed container takes since evacuation and purge gas installation are used together can be shortened, starting of equipment can also be performed promptly.

[0017] Drawing 3 is the schematic diagram showing other examples of a gestalt of FT-IR which applied this invention. It connects airtightly the detector hold section 70 which equipped with the cel 72 airtightly through the connection port 66 while this FT-IR arranges the well-closed container of a power supply section 61, the light source hold section 62,

the interferometer hold section 63, the filter hold section 64, and auxiliary detector hold section 65 grade to the interior of the body 60 of an analyzer, connects these to it airtightly and holds a detector 71 in it further.

[0018] Moreover, the evacuation opening 82 linked to an exhaust pipe 81 is formed in the part close to the light source hold section 62 of said interferometer hold section 63, and the evacuation opening 84 connected to an exhaust pipe 83 also at the detector hold section 70 is formed. Said exhaust pipes 81 and 83 are connected to the main exhaust pipe 87 through isolation valves 85 and 86, and vacuum pumps (not shown), such as a rotary pump, are connected to this main exhaust pipe 87 through the isolation valve 88.

[0019] Furthermore, the purge gas installation tubing 94 and 95 equipped with isolation valves 90 and 91 and flow control valves 92 and 93 is connected to said connection port 66 and the detector hold section 70, respectively, and the gas installation tubing 98 and 99 which has isolation valves 96 and 97 is connected to said exhaust pipe 81 and the main exhaust pipe 87, respectively. Moreover, the vacuum gage 89 is formed in the main exhaust pipe 87.

[0020] Since it becomes an elevated temperature, said evacuation opening 82 can be promptly discharged by installing near [ which is easy to emit moisture as out gas ] the components, such as the infrared light source and an electrical part, without making a perimeter diffuse the moisture generated from the light source etc. On the other hand, as for the purge gas installation tubing 94 and 95, it is desirable to install in a location where the purge gas which is the part which impurities, such as moisture, do not generate as much as possible, and was introduced in the system flows towards the evacuation opening 82.

[0021] Although the thing of suitable capacity can be used according to the volume in a system etc., the vacuum pump to be used is per minute 50-200l. and its exhaust speed is usually enough, what has an exhaust speed 200l. [ or more ]/m especially is suitable.

[0022] As purge gas, suitable gas can be used according to the class of impurity used as the class of sample gas, or the measuring object, and the gas which removed the measuring object impurity as much as possible is used. For example, when measuring moisture as an impurity, it is desirable to use the desiccation nitrogen gas which set desirably 1 ppm or less of moisture concentration to 10 or less ppb.

[0023] Thus, in case the formed equipment analyzes minute amount moisture, first, said isolation valves 85, 86, and 88 are made open, and evacuation of the inside of a system is carried out to 1 or less torr with a vacuum pump. Subsequently, with evacuation continued, the amount of installation of purge gas (desiccation nitrogen gas) is adjusted so that the pressure in a system may stabilize the isolation valves 90 and 91 of the purge gas installation tubing 94 and 95 with Number torr - 10torr extent by the aperture and flow control valves 92 and 93. As for the amount of installation of purge gas, at this time, it is desirable to become the range of per minute 0.1-5l. It is continuing introducing nitrogen gas, the moisture concentration in a system being reduced by doing such an activity, and carrying out evacuation similarly also at the time of measurement, and without fluctuating, the moisture concentration reduced once is crossed to long duration, and will be in the condition that fixed concentration is maintainable. In addition, the gas installation tubing 98 and 99 is used when returning the inside of a system to atmospheric pressure, and isolation valves 96 and 97 are closed during analysis. Moreover, it is effective also in concentration analysis of the carbon dioxide contained by high concentration in impurities other than moisture, for example, atmospheric air.

[0024] In addition, although the above explanation illustrated and explained FT-IR, it can be adapted also for the spectral-analysis equipment which could apply like distributed process input output equipment IR, in addition used the light of microwave, a visible range, and an ultraviolet region.

[0025]

[Example] While introducing purification nitrogen gas (moisture concentration is 1ppb) into the cel at 1.5l./m as sample gas using the equipment shown in example 1 drawing 3 , the conventional "nitrogen negotiation purge", the conventional "evacuation", and "evacuation + purge gas installation" of this invention approach were performed as a means which removes the effect of the moisture contained in the ambient atmosphere in a system, and change of the moisture concentration of the background was measured. The relation between the measuring time and the absorption peak reinforcement of moisture is shown in drawing 4 . Only in the case of a nitrogen negotiation purge or evacuation, from this result, it was checked by each with progress of the measuring time that the moisture concentration of a background rises. On the other hand, when purge operation by this invention approach is performed, there is very little fluctuation of the moisture concentration of a background, and it turns out that it is stable.

[0026] The spectrum (moisture concentration: <1ppb) of the blank measured by this invention approach to example 2 drawing 5 and the spectrum which added and measured the moisture of 10ppb to sample gas (nitrogen) are shown. A minimum limit of detection is defined as sample concentration in case the signal reinforcement of a sample becomes twice ( $S/N=2$ ) noise reinforcement, and since the moisture concentration of a background has big effect on the reinforcement of a noise, it is necessary to hold down to ultralow volume. The signal reinforcement of the moisture

which is in 3744cm-1 in the case of this invention approach was what secures two more S/N ratios, although moisture concentration was ultralow volume called 10ppb. Therefore, by this invention approach, the moisture concentration of a background was also fully reduced and it was checked that sufficient conditions to perform low-concentration moisture analysis are acquired.

[0027]

[Effect of the Invention] As explained above, according to this invention, it becomes it is possible to make the impurity in the ambient atmosphere in a system into low concentration efficiently for a short time, and possible to maintain high impurity concentration at the low concentration below fixed for a long time. Thereby, the impurity which exists in ultralow volume in sample gas can be stabilized and analyzed to high degree of accuracy. Moreover, the amount of the purge gas used can be reduced or less to about 1/10 compared with the conventional simple negotiation purge.

---

[Translation done.]

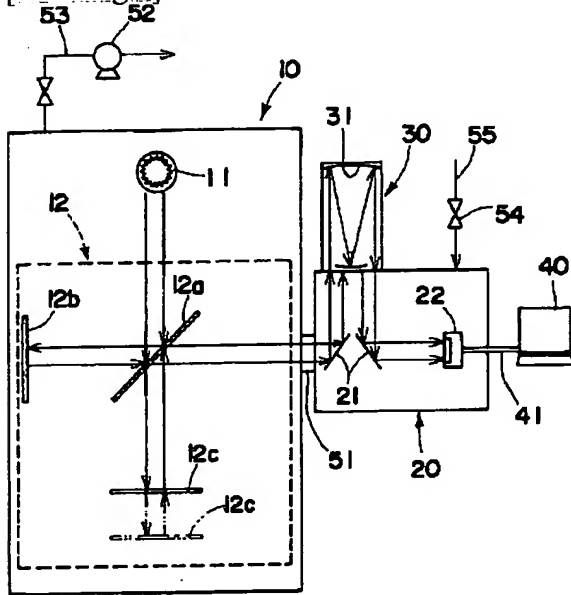
## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

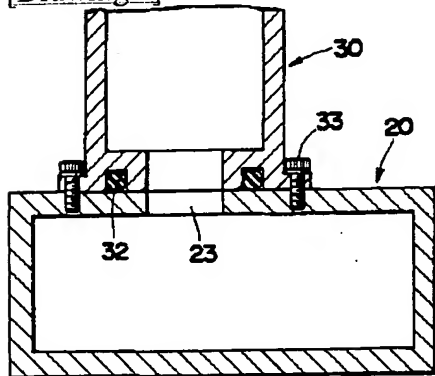
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

[Drawing 1]

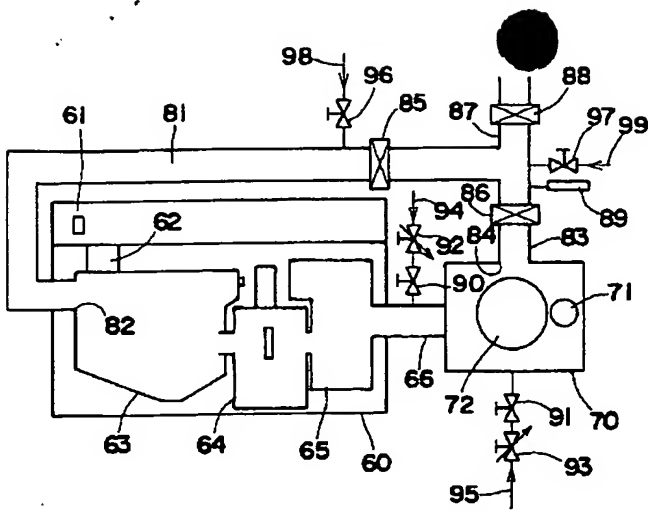


[Drawing 2]

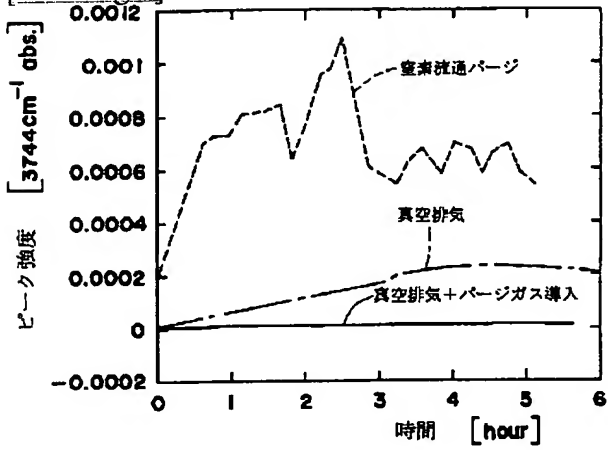


[Drawing 3]

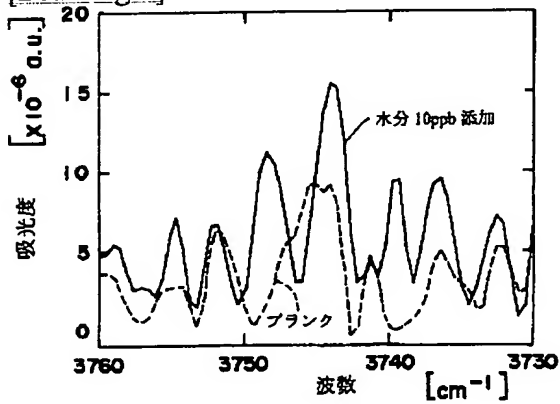




[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-41877

(P2001-41877A)

(43) 公開日 平成13年2月16日 (2001.2.16)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
G 0 1 N 21/01		G 0 1 N 21/01	Z 2 G 0 2 0
G 0 1 J 3/02		G 0 1 J 3/02	Z 2 G 0 5 9
G 0 1 N 21/35		G 0 1 N 21/35	Z

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-214299

(22) 出願日 平成11年7月28日 (1999.7.28)

(71) 出願人 000231235

日本酸素株式会社

東京都港区西新橋1丁目16番7号

(72) 発明者 柏木 一浩

東京都港区西新橋1-16-7 日本酸素株式会社内

(72) 発明者 伊崎 隆一郎

東京都港区西新橋1-16-7 日本酸素株式会社内

(74) 代理人 100086210

弁理士 木戸 一彦 (外1名)

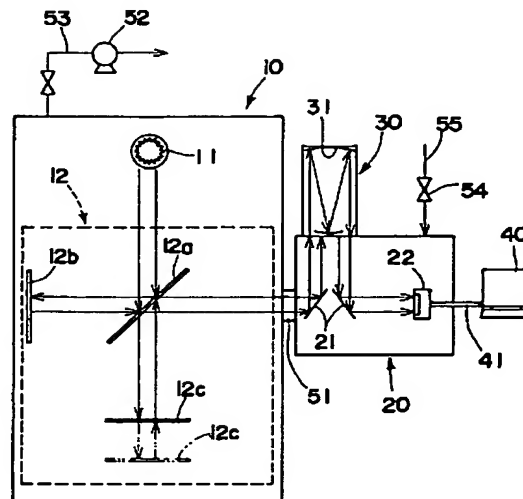
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 分光分析装置及びガス中の不純物の分析方法

(57) 【要約】

【課題】 光学系に存在する水分等の不純物の影響を無くし、試料ガス中に極微量に存在する水分等の不純物を高精度に安定して分析することができる分光分析装置及びガス中の不純物の分析方法を提供する。

【解決手段】 光源、セル、検出器等の機器を収容した密閉容器内を真空排気する真空排気手段と、密閉容器内にバージガスを導入するバージガス導入手段とを設け、密閉容器内を真空排気するとともにバージガスを導入しながら分析を行う。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 密閉容器内に、光源、セル、検出器等の機器を収容するとともに、該密閉容器内を真空排気する真空排気手段と、密閉容器内にバージガスを導入するバージガス導入手段とを備えていることを特徴とする分光分析装置。

【請求項2】 前記密閉容器は、光源、干渉計等の光学部材を収容した本体部と、該本体部に接続ポートを介して気密に接続し、ミラー及び検出器を収容した検出部と、該検出部に気密に装着したセル部とに分割形成されていることを特徴とする請求項1記載の分光分析装置。

【請求項3】 前記本体部及び検出部が、干渉計、検出器、ミラー等の光学部材をそれぞれ個別に収容する部分を気密に接続して形成され、前記干渉計を収容した部分に前記真空排気手段の真空排気口を設けるとともに、前記本体部、前記接続ポート、前記検出部の少なくともいずれか1箇所に前記バージガス導入手段のバージガス導入部を設けたことを特徴とする請求項2記載の分光分析装置。

【請求項4】 請求項1、2又は3記載の分光分析装置を使用してガス中の不純物の分析を行う方法であって、前記密閉容器内を真空排気するとともにバージガスを導入しながら分析を行うことを特徴とするガス中の不純物の分析方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、分光分析装置及びガス中の不純物の分析方法に関し、詳しくは、半導体製造プロセスに使われるガスのような高純度ガス中の微量水分等の不純物を分析するための分光分析装置及び分析方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体製造プロセスに使われるガスは、不純物の少ない、高純度なガスが求められており、例えば、成膜原料ガス中に水分等の不純物が存在すると、デバイスの特性不良を引き起こす原因となる。したがって、ガス中の水分を管理したり、低減することが必要となるが、このためには、ガス中の微量水分等の不純物を正確に分析する必要がある。

【0003】このようなガス中の微量水分の計測装置として、フーリエ変換赤外分光法(FT・IR)が知られている。このFT・IRは、赤外線領域における水分子固有の吸収帯を利用したものであって、光源から照射された赤外光は、干渉計やフィルター等の光学部材を経由した後、試料ガスで満たされたセル内を通過し、セルの外部に設置された検出器に到達することで水分の存在を検知する。したがって、測定原理上、セル内の試料ガス中に存在する水分濃度に加えて、セル外の雰囲気中存在する水分の濃度も加えられた状態で分析が行われてしまう。

【0004】すなわち、FT・IRでは、試料ガスが導入されたセル内の情報のみを得ることが重要であるが、光源から照射された赤外光は、セル内に入射されるまでに干渉させ、また、光束を調整する必要があるため、ガスセル外の光学系の環境中に含まれる水分や二酸化炭素の影響を受けてしまう。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】このため、従来のFT・IRでは、セル外の光学系に乾燥空気を封入したり、乾燥窒素ガスを常時流し続けることで、水分の影響を低減させるようにしていた。しかし、光学系にガス滞留部が多く存在し、また、光学系を収納しているケースの気密性が悪く、外部リークによる影響を受け易いという問題があった。一方、乾燥窒素で常時バージする方式では、毎分数十リットルという大量の窒素を消費するという問題があり、また、窒素中の水分も極微量に低減しておく必要もあった。

【0006】さらに、光学系を真空中に排気することも提案されているが、光学系には大量の電気部品や高熱の光源も存在し、これらの部材から放出される水分量も、ppbオーダーの分析では問題になる。実際に、光学系を $10^{-5}$  torrまで真空排気した状態で測定した例では、水分濃度がマイナス10ppb程度となってしまったりして信頼性に欠けるものとなっている。

【0007】そこで本発明は、光学系に存在する水分等の不純物の影響を無くし、試料ガス中に極微量に存在する水分等の不純物を高精度に安定して分析することができ、分光分析装置及びガス中の不純物の分析方法を提供することを目的としている。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明の分光分析装置は、密閉容器内に、光源、セル、検出器等の機器を収容するとともに、該密閉容器内を真空排気する真空排気手段と、密閉容器内にバージガスを導入するバージガス導入手段とを備えていることを特徴としている。

【0009】さらに、前記密閉容器は、光源、干渉計等の光学部材を収容した本体部と、該本体部に接続ポートを介して気密に接続し、ミラー及び検出器を収容した検出部と、該検出部に気密に装着したセル部とに分割形成されていることを特徴としている。また、前記本体部及び検出部が、干渉計、検出器、ミラー等の光学部材をそれぞれ個別に収容する部分を気密に接続して形成され、前記干渉計を収容した部分に前記真空排気手段の真空排気口を設けるとともに、前記本体部、前記接続ポート、前記検出部の少なくともいずれか1箇所に前記バージガス導入手段のバージガス導入部を設けたことを特徴としている。

【0010】また、本発明のガス中の不純物の分析方法は、前記分光分析装置を使用してガス中の不純物の分析

を行う方法であって、前記密閉容器内を真空排気するとともにバージガスを導入しながら分析を行うことを特徴としている。

【0011】

【発明の実施の形態】図1は本発明を赤外分光分析装置(FT・IR)に適用した一形態例を示す概略図である。この赤外分光分析装置は、光源11及び半透鏡12a、固定鏡12b、移動鏡12cを備えた干渉計12とを収容した密閉容器である本体部10と、一对のミラー21及び検出器22を収容した密閉容器である検出部20と、内部をセル31とした密閉容器であるセル部30と、検出器22からの測定値をフーリエ変換処理して不純物濃度を算出する演算手段(コンピューター)40とにより形成されている。

【0012】前記セル部30は、図2に示すように、シール材(リング)32を装着してボルト33で結合することにより、検出部20に設けた開口23に対して気密に接続されており、前記本体部10と検出部20とは、接続ポート51を介して同様な手段で気密に接続されている。なお、演算手段40への配線41をはじめと

して、各部の配線も、気密に引き出されている。また、本体部10と検出部20とを一体に形成することもできる。

【0013】そして、前記本体部10には、真空排気手段としての真空ポンプ52に接続した排気管53が設けられ、検出部20には、バージガス導入手段としての流量調整弁54を備えたバージガス導入管55が設けられている。なお、各密閉容器等の部材は、鉄やアルミニウム、ステンレス等の金属材料で形成することができ、板材同士の結合部には適当なシール材を設けて気密性を得るようにしている。

【0014】このように形成した赤外分光分析装置において、試料ガスの分析を行う際には、真空ポンプ52を動作させて本体部10、検出部20及びセル部30の内部を真空排気し、同時に、バージガス導入管55から適当量のバージガス、例えば窒素ガスを導入しながら行うことにより、例えば、試料ガス中の微量水分の分析を行うときには、各密閉容器内の雰囲気における水分の影響を大幅に低減してセル31内に導入される試料ガス中の水分のみを効果的に測定することができる。

【0015】このように、微量不純物の測定を、真空排気しながら行うことにより、光学系の雰囲気中に存在するの不純物分子の存在割合を大幅に小さくすることができるとともに、バージガスを導入しながら行うことにより、光源等から発生する水分も効率よく排気することができ、系内雰囲気を一定の条件に保持しておくことができる。特に、排気管53に接続する真空排気口を本体部10の光源11の近傍に設けておくことにより、光源等からの水分をより効果的に排出することができる。

【0016】さらに、真空排気されて圧力が低くなった

密閉容器内にバージガスを導入して一定圧力に保つようにしているので、常圧状態でバージガスを流通させるものに比べてバージガスの消費量を大幅に低減させることができるとともに、高真空状態に保つ場合に比べて内部で発生する不純物や外部リークの影響を少なくできるので、測定値の安定化や信頼性が向上し、さらに、装置・設備の簡略化も図れる。また、真空排気とバージガス導入とを併用しているので、密閉容器内のガス置換や所定圧力への到達に要する時間を短縮することができるので、装置の立ち上げも迅速に行うことができる。

【0017】図3は、本発明を適用したFT・IRの他の形態例を示す概略図である。このFT・IRは、分析計本体60の内部に、電源部61、光源収容部62、干渉計収容部63、フィルター収容部64、補助検出器収容部65等の密閉容器を配置してこれらを気密に接続し、さらに、検出器71を収容するとともにセル72を気密に装着した検出器収容部70を接続ポート66を介して気密に接続したものである。

【0018】また、前記干渉計収容部63の光源収容部62に近接した部分には、排気管81に接続する真空排気口82が設けられており、検出器収容部70にも、排気管83に接続する真空排気口84が設けられている。前記排気管81、83は、遮断弁85、86を介して主排気管87に接続しており、該主排気管87には、遮断弁88を介してロータリーポンプ等の真空ポンプ(図示せず)が接続されている。

【0019】さらに、前記接続ポート66及び検出器収容部70には、遮断弁90、91及び流量調整弁92、93を備えたバージガス導入管94、95がそれぞれ接続され、前記排気管81及び主排気管87には、遮断弁96、97を有するガス導入管98、99がそれぞれ接続されている。また、主排気管87には、真空計89が設けられている。

【0020】前記真空排気口82は、高温になるために水分をアウトガスとして放出し易い赤外線光源や電気部品等の部品の近くに設置することにより、光源等から発生する水分を周囲に拡散させずに速やかに排出することができる。一方、バージガス導入管94、95は、できるだけ水分等の不純物が発生しない部分で、かつ、系内に導入したバージガスが真空排気口82に向けて流れるような位置に設置することが好ましい。

【0021】使用する真空ポンプは、系内の容積等に応じて適当な能力のものを使用することができ、通常は、排気速度が毎分50～200リットルのもので十分であるが、特に、毎分200リットル以上の排気速度を有するものが好適である。

【0022】バージガスとしては、試料ガスの種類や測定対象となる不純物の種類によって適当なガスを使用することができ、測定対象不純物をできるだけ除去したガスを使用する。例えば、不純物として水分を測定する場

合は、水分濃度を1ppm以下、望ましくは、10ppb以下とした乾燥窒素ガスを使用することが望ましい。

【0023】このように形成した装置で微量水分の分析を行う際には、まず、前記遮断弁85、86、88を開とし、真空ポンプにより系内を1torr以下に真空排気する。次いで、真空排気を継続したまま、バージガス導入管94、95の遮断弁90、91を開き、流量調整弁92、93により系内の圧力が数torr～10torr程度で安定化するようにバージガス（乾燥窒素ガス）の導入量を調整する。このとき、バージガスの導入量は、毎分0.1～5リットルの範囲になることが望ましい。このような作業を行うことにより、系内の水分濃度は低減され、また、測定時にも同様に真空排気しながら窒素ガスを導入し続けることで、一度低減した水分濃度は増減することなく、長時間にわたって、一定の濃度を維持できる状態となる。なお、ガス導入管98、99は系内を大気圧に戻すときに使用するものであり、分析中は遮断弁96、97は閉じられている。また、水分以外の不純物、例えば大気中に高濃度で含まれる二酸化炭素の濃度分析にも有効である。

【0024】なお、以上の説明では、FT・IRを例示して説明したが、分散型IRにも同様に適用でき、その他、マイクロ波、可視域、紫外域の光を使用した分光分析装置にも適応可能である。

【0025】

【実施例】実施例1

図3に示した装置を用い、試料ガスとして精製窒素ガス（水分濃度が1ppb）を毎分1.5リットルでセルに導入するとともに、系内の雰囲気中に含まれる水分の影響を取り除く手段として、従来の「窒素流通バージ」、従来の「真空排気」、及び本発明方法の「真空排気＋バージガス導入」を行ってバックグラウンドの水分濃度の変化を測定した。図4に測定時間と水分の吸収ピーク強度との関係を示す。この結果から、窒素流通バージのみ、あるいは、真空排気のみの場合には、いずれも測定時間の経過に伴い、バックグラウンドの水分濃度が上昇してしまうことが確認された。一方、本発明方法によるバージ操作を行った場合は、バックグラウンドの水分濃度の変動は極めて少なく、安定していることが判る。

【0026】実施例2

図5に本発明方法で測定したブランクのスペクトル（水分濃度：<1ppb）と、試料ガス（窒素）に10ppbの水分を添加して測定したスペクトルとを示す。検出下限は、試料のシグナル強度がノイズ強度の2倍（S/N=2）となるときの試料濃度として定義され、バック

グラウンドの水分濃度は、ノイズの強度に大きな影響を与えるため、極微量に抑えることが必要となる。本発明方法の場合、 $3744\text{ cm}^{-1}$ にある水分のシグナル強度は、水分濃度が10ppbという極微量であるにもかかわらず、S/N比2以上を確保するものであった。したがって、本発明方法では、バックグラウンドの水分濃度も十分に低減され、低濃度の水分分析を行うのに十分な条件が得られることが確認された。

【0027】

10 【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、系内雰囲気中の不純物を効率よく短時間で低濃度にするのが可能であり、不純物濃度を一定以下の低濃度に長時間保つことが可能となる。これにより、試料ガス中に極微量に存在する不純物を高精度に安定して分析することができる。また、バージガスの使用量を、従来の単純な流通バージに比べて約10分の1以下に低減することができる。

【図面の簡単な説明】

20 【図1】 本発明を赤外分光分析装置に適用した一形態例を示す概略図である。

【図2】 検出部へのセル部の装着状態を示す断面図である。

【図3】 本発明を適用したFT・IRの他の形態例を示す概略図である。

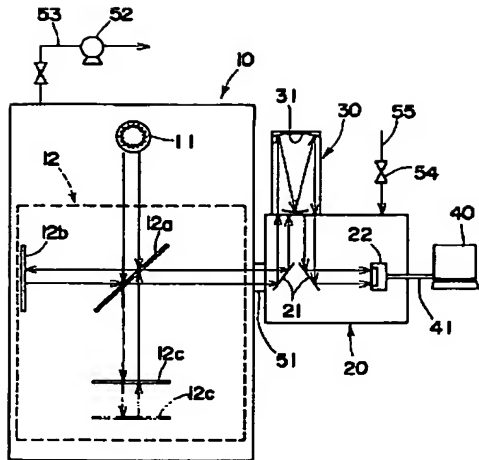
【図4】 実施例1における測定時間と水分の吸収ピーク強度との関係を示す図である。

【図5】 実施例2における水分の測定スペクトルを示す図である。

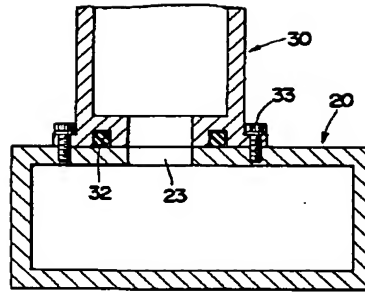
【符号の説明】

30 10…本体部、11…光源、12…干渉計、12a…半透鏡、12b…固定鏡、12c…移動鏡、20…検出部、21…ミラー、22…検出器、23…開口、30…セル部、31…セル、32…シール材、33…ボルト、40…演算手段、41…配線、51…接続ポート、52…真空ポンプ、53…排気管、54…流量調整弁、55…バージガス導入管、60…分析計本体、61…電源部、62…光源収容部、63…干渉計収容部、64…フィルター収容部、65…補助検出器収容部、66…接続ポート、70…検出器収容部、71…検出器、72…セル、81…排気管、82…真空排気口、83…排気管、84…真空排気口、85、86…遮断弁、87…主排気管、88…遮断弁、89…真空計、90、91…遮断弁、92、93…流量調整弁、94、95…バージガス導入管、96、97…遮断弁、98、99…ガス導入管

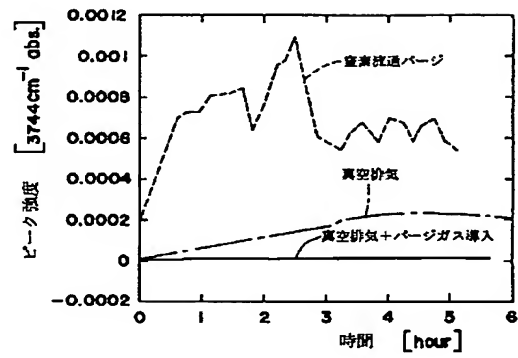
【図1】



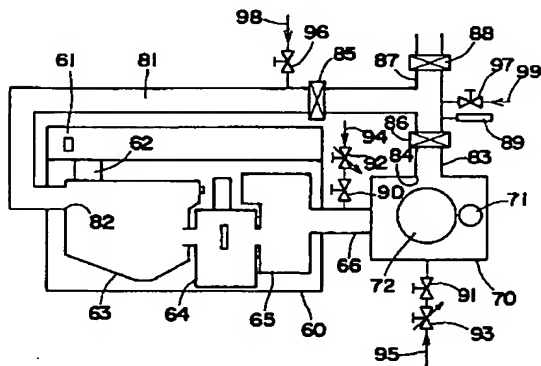
【図2】



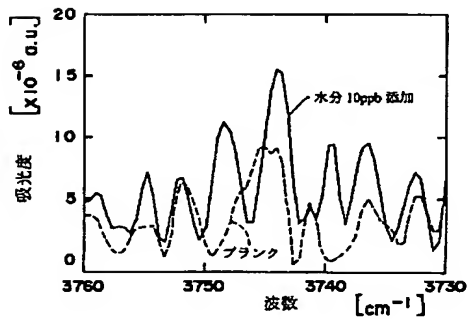
【図4】



【図3】



【図5】



フロントページの続き

F ターム(参考) 2G020 BA02 BA15 BA20 CB07 CB42  
CC21 CC26 CD03  
2G059 AA01 BB01 CC04 CC09 CC20  
DD13 DD15 EE09 EE12 HH01  
JJ01 JJ13 MM01

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**